

zum Visiren auf die Quecksilberkuppe. Der Nullpunkt des Nonius muss natürlich in der Vertikalen genau um eine ganze Anzahl von Millimetern von den Oberkanten *C* und *D* entfernt sein. Für die Loupe ist ein so weites Gesichtsfeld zu wählen, dass auch die Noniustheilung durch dieselbe von oben bequem sichtbar ist.

Die kleine Vorrichtung<sup>1)</sup> ist nicht theuer und hat sich bei längerer Benutzung als sehr bequem und innerhalb der Fehlergrenze von 0.1 mm völlig zuverlässig bewährt

### 133. A. Wohl und O. Poppenberg:

#### Stickstoffbestimmung in Nitraten und Salpetersäureestern.

(Eingegangen am 29. Januar 1903.)

Für die Stickstoffbestimmung in Nitraten und Salpetersäureestern, wie sie als Basis des rauchlosen Pulvers dienen, stehen bisher die Schlösing'sche, von Schultze und Tiemann bearbeitete Methode und das Nitrometer von Lunge in Uebung. Erstere, die auf Zersetzung der Nitate und Salpetersäureester mittels Salzsäure und Eisenchlorür beruht, hat den Nachtheil, besonders bei gelatinirten Pulvern, sehr lange Zeit in Anspruch zu nehmen, und ist für die mit Nitroglycerin gelatinirten Pulver wegen der Flüchtigkeit des Nitroglycerins unanwendbar. Das Verfahren von Lunge erfordert einen verhältnissmässig theueren Apparat und das Arbeiten mit grösseren Mengen Quecksilber. Die Ergebnisse sind im Allgemeinen sehr zuverlässig, vor allem bei Benutzung des von demselben Autor empfohlenen, nicht graduirten Reactionsgefässes, während bei dem einfachen Nitrometer die genaue Ablesung nicht selten durch Schaumbildung oder Verunreinigungen der Schwefelsäure erschwert wird. Bei den durch Schwefelsäure quellenden Pulvern besteht die Schwierigkeit, dass sich der Hahn, durch den die Masse in das Zersetzungsgefäss eingesaugt wird, leicht verstopft. Das ist wohl mit ein Grund, dass in der Praxis vielfach die von Lubarsch<sup>2)</sup> angegebene Modification des Lunge'schen Nitrometers vorgezogen wird, bei der das Lösegefäss einen Ansatz des Zersetzungsgefässes bildet und die Masse besser durchgeschüttelt werden kann. Dieses Verfahren hat aber andere Fehlerquellen. Bei der Untersuchung von Schiesswollen und Pulvern, die kohlen sauren Kalk enthalten, wird die frei-

<sup>1)</sup> Dieselbe hat auf meine Veranlassung der Mechaniker Habicht, Louisenstr. 50, angefertigt.

<sup>2)</sup> Programm des Friedrich-Realgymnasiums 1885.

gemachte Kohlensäure mit als Stickoxyd gemessen, wie schon Lunge<sup>1)</sup> bei der Besprechung des Lubarsch'schen Apparates näher hervorgehoben hat. Ebenso entsteht ein Fehler, wenn bei leicht zersetzlichen Salpetersäureestern durch die Einwirkung der concentrirten Schwefelsäure Gasentwicklung (CO oder CO<sub>2</sub>) eintritt.

Das nachfolgend beschriebene Verfahren beruht, wie die Methode von Lunge, auf dem von Crum aufgefundenen Princip der Stickoxydentwicklung aus Nitraten durch Einwirkung von Quecksilber und Schwefelsäure, ersetzt aber die Volumbestimmung im Nitrometer durch die Druckmessung am Manometer, wie sie kürzlich der Eine von uns für gasanalytische Zwecke beschrieben hat<sup>2)</sup>. Auf diesem Wege ist es uns gelungen, die angeführten Fehlerquellen der Lubarsch'schen Methode vollkommen zu beseitigen und die Bestimmung sehr handlich zu gestalten. Die Lösung und Zersetzung der Substanz und die Bestimmung des entwickelten Stickoxyds erfolgt in einem einfachen Gaskolben mit eingeschliffenem Hahn, wie solche für mehrere gleichzeitig auszuführende Analysen in grosser Zahl verwendet werden können.

Bei dem intensiven Schütteln, wie es im Gaskolben möglich ist, gehen leicht lösliche Substanzen sehr schnell in Lösung, sodass in etwa 20 Minuten eine zuverlässige Bestimmung auszuführen ist. Im Kolben ist für jede Bestimmung die Gegenwart von nur 5–10 ccm Quecksilber erforderlich, das natürlich mit dem Quecksilber im Manometer in keine Berührung kommt.

Die Berechnung der Ergebnisse lässt sich mittels zweier am Schlusse der Abhandlung mitgetheilte, kleiner Tabellen so bequem ausführen, dass für die Anwendung von Compensationsmethoden zum Ausgleich der Schwankungen von Druck und Temperatur in diesem Falle kein Bedürfniss vorliegt.

Bei der Anwendung der vorbeschriebenen Methode für die Analyse gelatinirter Pulver verschiedener Herkunft zeigte sich zwar in allen Fällen befriedigende Uebereinstimmung mit der Lunge'schen Methode, dagegen ergaben sich manchmal nicht unerhebliche Differenzen mit den nach Schlösing erhaltenen, in diesen Fällen unzweifelhaft richtigeren Zahlen. Diese Abweichung hat sich folgendermaassen aufgeklärt. Durch die Einwirkung der Salpeter-Schwefelsäure auf die Cellulose wird stets nitrose Schwefelsäure gebildet. Sind nun im Pulver irgendwelche Zusätze vorhanden, die mit nitroser Schwefelsäure unter Oximbildung reagiren können, so tritt diese Umsetzung in der langen Zeit, die zum Lösen des Pulvers erforderlich ist, vollständig ein, und es wird, wie durch besondere Versuche nachgewiesen

<sup>1)</sup> Chem. Ind. 8<sup>a</sup>, 273.

<sup>2)</sup> Diese Berichte 35, 3493 [1902] und vorstehende Abhandlung.

wurde, quantitativ der zur Oximbildung verbrauchte Stickstoff weniger gefunden, da er durch Quecksilber nicht mehr in Stickoxyd übergehen kann.

Es wurde zunächst versucht, diesen Uebelstand dadurch zu beseitigen, dass die Lösungsdauer des Pulvers durch feines Mahlen und Sieben herabgesetzt und die Zersetzung durch Quecksilber sofort vorgenommen wurde. In der That liessen sich die Differenzen aufheben, wenn das Pulver dabei vollständig in Lösung ging. Die sichere Innehaltung dieser Bedingung aber bot Schwierigkeiten.

In sehr viel bequemerer Weise gelang die Beseitigung der Fehlerquelle dadurch, dass zu dem Gemenge der mehr oder weniger fein vertheilten Substanz mit der Schwefelsäure von vornherein eine kleine Menge eines starken Oxydationsmittels, am besten Chromsäure, zugesetzt wurde. Auf diese Weise wird nicht nur die Lösung der Substanz beschleunigt, sondern auch das Auftreten von nitrosen Schwefelsäure gänzlich verhindert und damit die Ursache der Abweichungen beseitigt.

#### Einrichtung und Handhabung des Zersetzungskolbens.

Als Zersetzungskolben dient ein Gaskolben mit eingeschliffenem Hahn, wie nebenstehende Zeichnung ihn darstellt von etwa 100 ccm Inhalt (die Herstellung von Kolben mit genau bestimmtem Inhalt würde dieselben unnöthig vertheuern).



Kolbenhals: Durchmesser 16 mm.

Länge ca. 6 cm.

Länge des Hahnrohrs und der Hahnbohrung 59 mm  
(dann ist  $h = 8$  mm Quecksilber). Lichte Weite  
3 mm.

Länge der Hahnbohrung ca. 11 mm.

Hahn mit Feilstrichen an der Bohrung des Kükens

Lichte Weite des Stopfens 9 mm.

Ausserer Durchmesser des Stopfens 12.5 mm.

Für den Kolben muss der richtige Inhalt und das Volumen der Schwefelsäure, die beim Absaugen als Flüssigkeitshaut im Kolben und besonders über dem Stopfen bleibt, durch Auswägen ein für alle Mal festgestellt werden. Wenn man immer gleiche Dimensionen wählt, werden die Schwankungen der Correctur für die Flüssigkeitshaut sehr gering. Für die weiter beschriebenen Versuche sind Kolben von den oben angegebenen Dimensionen benutzt worden; hierbei schwankt die Menge der anhaftenden Schwefelsäure in den Grenzen von 0.4—0.5 ccm.

Zur Vereinfachung der Berechnung der Analyse empfiehlt sich bekanntlich die Abwägung eines Normalgewichtes, derart, dass die bei

der Bestimmung abgelesener Zahlen direct Procente oder dazu in einfachster Beziehung stehende Zahlen ergeben.

Die abgewogene Substanz wird im Kolben mit 10 ccm Schwefelsäure übergossen und bis zur Lösung geschüttelt. Das gilt für anorganische und organische Nitrate, (Collodium und Schiesswolle, Nitroglycerin etc.). Bei solchen gelatinirten Pulvern, die durch kurzes Schütteln nicht in Lösung zu bringen sind, lässt man diese entweder über Nacht mit Schwefelsäure stehen oder beschleunigt die Lösung durch Einsetzen in Wasser von 50°; bei Gegenwart fremder organischer Substanzen, die mit salpetriger Säure reagiren, ist etwa 0.1—0.2 g CrO<sub>3</sub> zuzusetzen. Nitrose Schwefelsäure wird im Kolben selbst gewogen.

Nach Auflösen der Substanz wird der Kolben in aufrechter Stellung evacuirt, entweder so weit, wie die Saugwirkung der Pumpe es gestattet und der Manometerstand ( $p_1$ ) abgelesen, oder bis zu einem bestimmten Manometerstand, z. B. 700 mm.

Ein Fehler durch Entweichen von Stickoxyd ist hierbei ausgeschlossen, denn beim Lösen im verschlossenen Kolben wird etwa entstandenes Stickoxyd so innig mit überschüssiger Luft und Schwefelsäure in Berührung gebracht, dass die vollständige Ueberführung in nicht flüchtige Nitroschwefelsäure gesichert ist. In der That zeigte sich, wie durch besondere Versuche festgestellt wurde, der abgesaugte Gasstrom stets frei von Stickoxyden, die ja durch Jodkaliumstärkepapier so scharf nachzuweisen sind.

Nach dem Evacuiren füllt man mittels eines ausgezogenen Trichters das Hahnrohr mit Quecksilber, wobei etwa überlaufendes Metall in einem unterstehenden Gefäss<sup>1)</sup> aufgefangen wird, und saugt aus einem Spitzglase (unten verschlossenen Trichter)<sup>2)</sup> 10 ccm Quecksilber hinein, schüttelt sofort kräftig um und kühlt, falls der Kolben sich erwärmt, mit fliessendem Wasser. Anwendung des angegebenen Quecksilberüberschusses und sofortiges kräftiges Schütteln<sup>3)</sup> sind nothwendig, um lästiges Schäumen zu verhüten. Die Reaction erfordert 1—2 Minuten, alsdann wird der Kolben so lange in Wasser von Zimmertemperatur gelegt, bis eine Scheidung des Quecksilbers von der Schwefelsäure eingetreten ist, wobei gleichzeitig Temperatureausgleich erfolgt. Zur Bestimmung des Gasdruckes wird der Gaskolben

1) Sehr zweckmässig ist hierzu z. B. eine Schale, wie man sie zum Entwickeln von Photographien benutzt.

2) Vergl. diese Berichte 35, 3500 [1902].

3) Man fasst den Kolben zweckmässig so, dass der Daumen die Spitze des Hahnes vorn verschliesst und der Kolben selbst am Schriff zwischen zwei Fingern gehalten wird, dadurch wird selbst, wenn durch Erwärmen vorübergehend ein kleiner Ueberdruck eintreten sollte, ein Herausschleudern des Glasstopfens verhindert.

in früher<sup>1)</sup> ausführlich beschriebener Art auf einem Saugstutzen aufgesteckt und mittels Wasserstrahlpumpe zuerst das Quecksilber ganz, dann die Schwefelsäure gerade bis zur Hahnbohrung abgesaugt. Beim Absaugen von Quecksilber zusammen mit einer anderen Flüssigkeit aus dem Gaskolben tritt die Schwierigkeit auf, dass das Absaugen der letzten Quecksilbertropfen eine plötzliche Druckschwankung und damit ein Aufsteigen von Luft in den Gaskolben bewirken kann. Dies wird vermieden, indem man durch kurzes, rasches Oeffnen des Capillarahns am Zwischengefäss die letzten Tropfen Quecksilber nebst etwas nachfolgender Schwefelsäure ruckweise austreten lässt. Der Capillarahn wird dann wieder auf langsames Saugen gestellt und die Schwefelsäure tropfenweise bis zur Hahnbohrung abgesaugt; man braucht dann kaum eine Minute mit der Ablesung zu warten, da das Zusammenlaufen der Schwefelsäure schon während des Absaugens im Wesentlichen beendet ist. Die Druckmessung erfolgt an dem mit der Wasserstrahlpumpe communicirenden Manometer; der gefundene Manometerstand sei mit  $p_2$  bezeichnet.

#### B e r e c h n u n g.

##### 1. Correctur für den Luftrest im Kolben.

Beim Evacuiren des Gaskolbens bis zum Manometerstande  $p_1$  verbleibt ein Luftrest im Kolben, dessen Volumen bei 10 ccm Schwefelsäure  $100 - 10 = 90$  ccm beträgt. Wird der Barometerstand mit  $B$  bezeichnet, so ist durch  $(B - p_1)$  der Druck, durch  $(B - p_1) \cdot 0.9$  die Menge der Luft dargestellt. Der in diesem Luftrest enthaltene Sauerstoff wird durch das Stickoxyd auf das Quecksilber übertragen und somit absorbiert; es verbleibt deshalb nur der Stickstoff des Luftrestes  $0.79 \cdot 0.9 (B - p_1) = 0.7 (B - p_1)$  nachher im Kolben und ist für die Berechnung zu berücksichtigen.

Nach der Entwicklung des Stickoxyds sei der abgelesene Manometerstand  $p_2$ ; der Druck wird dann dargestellt durch  $B - (p_2 + h)$ , wobei  $h$  den Druck der in der Hahnbohrung und im Hahnrohr hängenden Säule von Schwefelsäure, umgerechnet in Millimeter Quecksilber, angiebt. Der Partialdruck des Stickoxyds ergibt sich also durch Subtraction der oben festgestellten, im Kolben verbliebenen Stickstoffmenge vom Gesamtdruck zu  $B - (p_2 + h) - (B - p_1) \cdot 0.7$ .

Am einfachsten wird die Berechnung, wenn man bis zu einem bestimmten Druck, und zwar zweckmässig jedes Mal bis 700 mm, evacuirt.

Die obige Formel lässt sich dann in die Form bringen:  $700 + \frac{3}{10}(B - 700) - (p_2 + h)$ , d. h. die Berechnung mit Berücksichtigung der Correctur erfolgt einfach so, dass von der 700 übersteigenden Zahl der Millimeter des Baro-

<sup>1)</sup> A. Wohl, diese Berichte 35, 3493 [1902].

meterstandes  $\frac{3}{10}$  genommen und von dem so corrigirten Barometerstand  $p_2 + h$  abgezogen wird., z. B.:

$$B = 757, \frac{3}{10} \cdot 57 = 17.1 \quad 717.1$$

$$(p_2 + h) = 210.0$$

$$507.1$$

## 2. Normalgewicht.

Das Normalgewicht Stickoxyd in Gramm bei  $0^0$  und 760 mm Druck hat das Volumen 22.37 L; also 0.3004 g Stickoxyd, entsprechend 0.1404 g Stickstoff = 223.7 ccm. Demnach beträgt das Volumen bei  $20^0$  und 1000 mm Druck (— 996.58 mm Quecksilber von  $0^0$ )

$$22.37 (1 + 0.0734) \frac{760}{996.58} = 183.1 \text{ ccm.}$$

Hat man also einen Kolben von 183.1 ccm Inhalt und wägt zur Analyse 14.04 cg einer Substanz ab, so geben die gefundenen cm Quecksilber direct Procente Stickstoff. Hat man einen Kolben von 100 ccm<sup>1)</sup>, so müssen dementsprechend statt 14.04 cg  $\frac{14.04 \cdot 100}{183.1}$  cg abgewogen werden, um Procente zu liefern. Um nicht zu kleine Mengen zu bekommen, wird man zweckmässig das Vierfache des Normalgewichtes nehmen und den gefundenen Druck nachher durch Division mit 4 in Procente umrechnen; die Einwage beträgt dann 0.3067 g.

Auf diesen Werth für die Einwage lassen sich nun bequem alle Correctionen aufrechnen, die sich auf das Volumen des Kolbens beziehen, indem statt 100 das corrigirte Volumen desselben eingesetzt wird, nämlich:

a) Die Abweichung von 100 ccm, die man mit Rücksicht auf die bequemere Herstellung des Kolbens zulassen wird, z. B. 100.7 ccm.

b) Die Correctur für die innere Benetzung des Kolbens mit concentrirter Schwefelsäure und den kleinen Meniscus, der über dem Glasstopfen stehen bleibt. Die Menge concentrirter Schwefelsäure, die diesen beiden Fehlerquellen entspricht, wird durch einmaliges Wägen des trocken tarirten Kolbens nach Absaugen des Flüssigkeitsinhaltes bestimmt, durch 1.84 dividirt und vom Kolbenvolumen abgezogen. Es sei z. B. 0.79 g = 0.43 ccm gefunden, dann ist für das Volumen des Kolbens bei der Rechnung nach Beispiel a)  $100.7 - 0.43 = 100.27$  in Rechnung zu stellen.

c) In derselben Weise ordnet sich die Correctur für die geringe Absorption von Stickoxyd durch die 10 ccm concentrirter Schwefelsäure.

Die Correctur beträgt bei Berührung mit Stickoxyd von Atmosphären-druck = 0.35 ccm für 10 ccm Schwefelsäure<sup>2)</sup>, behält aber nach dem Dalton'schen Gesetz diesen Volumenwerth annähernd bei, wenn das Stickoxyd unter

<sup>1)</sup> Mit Quecksilber ausgewogen.

<sup>2)</sup> Lunge, diese Berichte 18, 1391 [1885].

irgend welchem anderen Druck steht. Die Absorption dieser 0.35 ccm hat also dieselbe Wirkung auf den beobachteten Druck, als ob das Volumen des Kolbens um 0.35 ccm grösser wäre. Demnach ist zu der unter a) und b) berechneten Correction noch 0.35 hinzuzufügen, sodass für die Berechnung des Normalgewichtes zu obigem Beispiel das corrigirte Volumen  $100.7 - 0.43 + 0.35 = 100.62$  einzusetzen ist.

Die ungefähre Tarirung einer bestimmten Substanzmenge bis auf etwa 0.01 g ist immer schnell ausgeführt. Die genaue Abwägung des Normalgewichtes dagegen ist recht zeitraubend; ganz besonders gilt dies für Schiesswolle, die an den Glaswandungen haftet. Aus diesem Grunde empfiehlt es sich, eine kleine Tabelle<sup>1)</sup> (Tabelle I auf S. 683) zu benutzen, aus welcher die Verschiebung der Procentzahlen pro mg Abweichung vom Normalgewichte ohne Weiteres zu entnehmen ist. Beträgt die Differenz zwischen der Einwage und dem Normalgewichte z. B.  $\pm 6$  mg und ist die durch Division mit 4 gefundene Procentzahl z. B. 13 pCt., so ist dieser Werth um  $\mp 0.25$  zu corrigiren.

Für die vorstehend gegebene Berechnung ist vorausgesetzt, dass die Bestimmung bei  $20^{\circ}$  erfolgt. Da die Lufttemperatur meist nicht mehr als  $\pm 5^{\circ}$  davon abweichen wird, so ist es bequemer, bei Lufttemperatur zu arbeiten und statt der sonst üblichen Umrechnung auf  $0^{\circ}$  hier auf  $20^{\circ}$  umzurechnen, was sich sehr einfach gestaltet. Es ist für jeden Grad unter  $20^{\circ}$   $\frac{1}{300}$  des gefundenen Procentgehaltes hinzuzufügen, für jeden Grad über  $20^{\circ}$   $\frac{1}{300}$  des gefundenen Procentgehaltes abzuziehen. Der Ersatz der richtigen Zahl  $273.5 + 20 = 293.5$  durch 300 macht in den  $\frac{1}{100}$  Procenten keine ganze Einheit aus.

Noch bequemer lässt sich die Temperaturcorrection aus der Tabelle 2 (S. 683) entnehmen, die weiter keiner Erläuterung bedarf.

#### Beispiel<sup>2)</sup>.

Für einen Kolben  $V = 101.45$  ccm beträgt das corrigirte Volumen  $101.45 - 0.5 + 0.35 = 101.3^{\frac{1}{2}}$  ccm.  $h = 8.3$  mm Hg.

Das Normalgewicht ist  $0.3067 \cdot \frac{101.3}{100} = 0.3107$  g. Abgewogen sei 0.3119 g. Gefunden  $B = 766.9$  mm.  $p_1 = 754.1$  mm,  $p_2 = 196$  mm.  $t = 19^{\circ}$ .

<sup>1)</sup> Es dürfte sich der Weg, eine passende Tabelle für Abweichung vom Normalgewicht aufzustellen, auch in vielen anderen Fällen, z. B. bei hygroskopischen Substanzen, wenn dauernd gleichartig<sup>3)</sup> Untersuchungen ausgeführt werden, empfehlen.

<sup>2)</sup> Berechnung für den Fall, dass nicht bis gerade 700 mm evacuirt wurde; so sind die unter I (S. 684) mitgetheilten Beleganalysen ausgeführt worden.

$$B - (p_2 + h) = 562.6 \text{ mm}$$

$$0.7 (B - p_1) = 9.0 \text{ »}$$

$$553.6 : 4 = 13.84$$

$$\text{Correctur für } 19^0 = - 1^0 = + 0.04$$

$$\text{» » } + 1.2 \text{ mgr} = - 0.05$$

$$N = 13.83 \text{ pCt.}$$

Tabelle I.

Correctur für Abweichung der Substanzmenge  
vom Normalgewicht.

Abweichung vom Normalgewicht	10 pCt.	10.5 pCt.	11 pCt.	11.5 pCt.	12 pCt.	12.5 pCt.	13 pCt.	13.5 pCt.	14 pCt.	14.5 pCt.	15 pCt.
1 mg	0.032	0.034	0.035	0.037	0.039	0.04	0.04	0.04	0.05	0.05	0.05
2 »	0.064	0.068	0.071	0.074	0.078	0.08	0.08	0.09	0.09	0.10	0.11
3 »	0.096	0.102	0.107	0.111	0.116	0.12	0.13	0.13	0.13	0.15	0.16
4 »	0.128	0.136	0.142	0.148	0.155	0.16	0.17	0.17	0.18	0.19	0.21
5 »	0.160	0.170	0.178	0.186	0.194	0.20	0.21	0.21	0.22	0.24	0.26
6 »	0.192	0.204	0.219	0.223	0.232	0.24	0.25	0.26	0.27	0.29	0.32
7 »	0.225	0.238	0.249	0.260	0.271	0.28	0.29	0.31	0.32	0.34	0.37
8 »	0.257	0.272	0.285	0.298	0.310	0.32	0.34	0.35	0.36	0.39	0.42
9 »	0.289	0.306	0.320	0.335	0.349	0.36	0.38	0.39	0.41	0.44	0.48
10 »	0.320	0.340	0.350	0.370	0.390	0.40	0.42	0.43	0.45	0.49	0.53

Tabelle II.

Correctur für Abweichung der Lufttemperatur von 20°.

Abweichung von 20°	10 pCt.	11 pCt.	12 pCt.	13 pCt.	14 pCt.	15 pCt.	16 pCt.
0.5°	0.017	0.018	0.021	0.022	0.024	0.026	0.038
1.0°	0.034	0.037	0.041	0.044	0.048	0.051	0.055
1.5°	0.051	0.056	0.062	0.066	0.072	0.077	0.082
2.0°	0.068	0.075	0.082	0.088	0.096	0.102	0.109
2.5°	0.085	0.094	0.103	0.111	0.120	0.128	0.137
3.0°	0.102	0.113	0.123	0.133	0.143	0.154	0.164
3.5°	0.119	0.131	0.144	0.155	0.167	0.179	0.191
4.0°	0.136	0.151	0.164	0.178	0.191	0.205	0.218
4.5°	0.153	0.170	0.185	0.200	0.215	0.230	0.246
5.0°	0.170	0.190	0.205	0.222	0.240	0.256	0.272

Für die Benutzung beider Tabellen gilt die Regel, dass Abweichung und Correctur stets entgegengesetztes Vorzeichen haben.

Die Durcharbeitung des vorstehend beschriebenen Verfahrens erfolgte in der chemischen Abtheilung des kgl. Militärversuchsamtes, und sind wir dem Vorsteher derselben, Hrn. Prof. Lenze, für das freundliche Interesse an der Arbeit zu bestem Danke verpflichtet.



## Beleganalysen.

I. Analysen- Substanz	Berechnet pCt. N	Gefunden pCt. N	Luftrest im Kolben B - p <sub>1</sub>	Druck nach der Reaction B - (p <sub>2</sub> + h)	Abweichung vom Normal- gewicht (mg)	Temperatur
Salpeter	13.86	13.78	12.4	556.7	+ 1.5	16.5
	Gefunden	13.86	11.3	579.0	+ 12.9	17
	nach	13.87	9.4	532.8	- 12.8	16
	Schlössing	13.79	10.4	557.8	+ 3.0	16
	Mittel 13.70	13.78	10.8	564.5	+ 6.4	17
Schiess- baumwolle I	Gefunden	13.31	13.0	556.3	+ 10.9	18
	nach Lunge	13.24	14.4	553.4	+ 9.9	19
	13.33	13.20	14.6	523.2	- 2.1	13.5
	13.29	13.31	11.5	516.9	- 14.0	18
	13.27	13.27	11.5	569.3	+ 18.1	19
Schiess- baumwolle II	Gef. nach	13.28	11.6	559.5	+ 11.7	20
	Schlössing	13.29	10.1	554.1	+ 10.4	19
	13.32	13.29	11.5	552.5	+ 4.5	20
	nach Lunge	13.36	10.7	566.9	+ 14.9	18.5
	13.40	13.32	10.7	523.8	- 6.8	18
Mit Nitro- glycerin gela- tinirtes Pulver	Gefunden	14.88	12.5	606.8	+ 1.8	20
	nach Lunge	14.72	15.0	603.6	+ 4.0	19
	14.84	14.75	11.5	612.8	+ 7.7	20
	14.82	14.82	12.5	620.4	+ 9.0	20
	14.88	14.88	10.5	605.0	+ 1.4	20

  

II. Analysen- Substanz	Berechnet pCt. N	Gefunden pCt. N	Barometer- stand B	Manometer- stand p <sub>2</sub> + h	Abweichung vom Normal- gewicht (mg)	Temperatur
Gelatinirtes Pulver, gelöst unter Zusatz von CrO <sub>3</sub>	Gefunden	11.94	762.8	252.3	- 5.2	18 <sup>o</sup>
	nach	11.99	762.8	246.3	- 2.3	18 <sup>o</sup>
	Schlössing	12.05	762.8	242.7	- 1.6	18 <sup>o</sup>
	12.05, 11.99,	11.97	762.8	243.1	0.0	18 <sup>o</sup>
	11.97	11.98	762.8	238.7	+ 3.0	18 <sup>o</sup>

I. Chem. Institut  
der Universität.Königliches  
Militärversuchsammt.